

<p>26921 K/11 MOSC FOOD IND TECHN 15.08.80-SU-004556 (07.05.82) C07f-09/09 Prepn. of higher fatty acid phosphorylated glyceride - by heating fatty acid glyceride with phosphorus pentoxide, adding water and neutralising with ammonio gas</p>	<p>MOFO 15.08.80 *SU-925-961</p>	<p>180</p>
<p>C83-026382</p>	<p>Phosphorylated glycerides of higher fatty acids are obtd. by heating higher fatty acids glycerides with P2O5, followed by neutralisation of the reaction mixt. with NH3. The process is simplified by heating higher fatty acid glycerides (I) with P2O5 at 80-85 deg. C, followed by addn. of H2O at a rate maintaining the temp. of reaction mixt. at 106-120 deg. C. The ratio of (I):P2O5:H2O is 1:(0.6-0.8):(0.6-0.8). The prods. are used in the food, cosmetics, medicine, and textile industries. (2pp) Example 63.04g mixt. contg. 80% dl-, 6% mono-, 9% triglycerides and 5% free oleic acid is treated with 8.34g P2O5 and heated with stirring to 85 deg. C. At this temp., 1.1 ml H2O is added slowly maintaining the temp. at 105-110 deg. C, the mixt. is held for 1 hr., cooled to 50 deg. C, and neutralised with gaseous NH3, to pH 6.8. Organic phosphates are sepd. by centrifuging. The yield of dense liq. is 67.56g (98%). Bul.17/7.5.82</p>	<p>B(5-B1P)E(5-G9D) 1</p>



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 925961

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 15.08.80 (21) 3004556/23-04

с присоединением заявки № -

(23) Приоритет -

Опубликовано 07.05.82. Бюллетень № 17

Дата опубликования описания 07.05.82

(51) М. Кл.

С 07. F 9/09

(53) УДК 547.26
118.07
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

Д. А. Чернышева, А. А. Кочеткова, Е. Ю. Филиппович,
А. П. Нечаев и С. М. Габриелян

(71) Заявитель

Московский ордена Трудового Красного Знамени технологический
институт пищевой промышленности

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ФОСФОРИЛИРОВАННЫХ ГЛИЦЕРИДОВ ВЫСШИХ ЖИРНЫХ КИСЛОТ

Изобретение относится к химии фосфорорганических соединений, а именно к усовершенствованному способу получения фосфорилированных глицеридов высших жирных кислот, используемых в пищевой и косметической отраслях промышленности, медицине и текстильной промышленности.

Известен способ получения фосфорилированных глицеридов высших жирных кислот, который заключается в том, что смесь глицеридов высших жирных кислот $C_{18}-C_{30}$ (преимущественно $C_{18}-C_{22}$), состоящую из 18-27% мас. % моноглицеридов, 78-72 мас. % диглицеридов и 4-1 мас. % триглицеридов, нагревают до 40-150°C, постепенно при перемешивании добавляют дисперсию фосфорного ангидрида (P_2O_5) в триглицеридах, или лецитине (соотношение P_2O_5 : триглицериды 1:0,5 - 20,0, лучше 1:0,8 - 4,0, по массе). Реакционную массу (соотношение исходные глицериды: P_2O_5 1:0,05 - 1,5, преимущественно 1:0,3 - 0,5 моль) пе-

ремешивают при той же температуре 5-6 ч, нейтрализуют аммиаком и получают продукт, содержащий 3,1-4,3% связанного фосфора [1].

Недостатками этого способа являются необходимость дополнительной технологической операции - приготовления дисперсии P_2O_5 в триглицеридах или лецитине и большая длительность процесса (5-6 ч).

Наиболее близок к предложенному по технической сущности и достигаемым результатам способ получения фосфорилированных глицеридов высших жирных кислот $C_{18}-C_{22}$, заключающийся в том, что глицериды нагревают до 70-120°C и при перемешивании через специальное дозирующее устройство постепенно порциями добавляют пятиокись фосфора в количестве 5-25% к массе глицеридов (мольное соотношение глицеридов и пятиокиси фосфора 1:0,2-1,0). Реакцию ведут при этой же температуре 0,5-4 ч, после чего продукт фильтруют. Получают фосфорилированные диглицериды в кислой форме, кислотное число 90-

108 мг КОН, содержание фосфора до 4,5%. При необходимости их нейтрализуют аммиаком [2].

Недостатками этого способа являются необходимость постепенной загрузки фосфорного ангидрида через специальное устройство, ненадежность способа, так как содержание фосфора в целевом продукте колеблется. Кроме того, при загрузке фосфорного ангидрида образуются комки, затрудняющие его диспергирование.

Цель изобретения — упрощение процесса.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу получения фосфорилированных глицеридов высших жирных кислот путем обработки глицеридов пятиокисью фосфора при нагревании с последующей нейтрализацией реакционной смеси аммиаком реакционную смесь нагревают до 80–85°C, затем вводят воду со скоростью обеспечивающей поддержание температуры реакции 105–120°C, и процесс проводят при мольном соотношении глицеридов, пятиокиси фосфора и воды 1:0,6–0,8:0,6–0,8.

Пример 1. В трехгорлую колбу с мешалкой, термометром и капельной воронкой помещают расплавленную при 30°C смесь глицеридов технической олеиновой кислоты, содержащую 80% диглицеридов, 6% моноглицеридов, 9% триглицеридов и 5% свободных жирных кислот, в количестве 63,04 г (0,1 моль моно- и диглицеридов), загружают при интенсивном перемешивании в один прием 8,34 г (0,06 моль) пятиокиси фосфора и быстро нагревают реакционную массу до 85°C. По достижении указанной температуры из делительной воронки постепенно приливают 1,1 мл (0,06 моль) воды с такой скоростью, чтобы температура реакционной массы поддерживалась в интервале 105–110°C. При этой температуре реакционную смесь выдерживают в течение 1 ч, затем охлаждают до 50°C и нейтрализуют газооб-

разным аммиаком. Аммиак подают с такой скоростью, чтобы газ почти полностью поглощался. При этом наблюдается слабое пробуккивание газа в контрольной склянке. Процесс контролируют по pH реакционной массы, значение которого в конце нейтрализации должно составлять 6,8 (по бромкрезоловому пурпурному). По окончании нейтрализации реакционную массу при 50°C центрифугируют для отделения неорганических фосфатов. Получают 67,56 г продукта, представляющего собой вязкую жидкость коричневого цвета с т. пл. 12°C. Выход технического продукта 96%. Содержание фосфоглицеридной фракции 80%.

Пример 2. Опыт проводят аналогично примеру 1, но вместо смеси глицеридов олеиновой кислоты используют аналогичную по составу смесь глицеридов стеариновой кислоты (в количестве 62,44 г), предварительно расплавленную при 70°C. После завершения синтеза и обработки реакционной массы, которую осуществляют при 70°C, получают 67,95 г воскообразного продукта светлосерого цвета с т. пл. 65°C. Выход технического продукта 96%. Содержание фосфоглицеридной фракции 82%.

Пример 3. Опыт проводят аналогично примеру 1, но вместо смеси глицеридов олеиновой кислоты используют аналогичную по составу смесь глицеридов кислот соевого масла (в количестве 69,11 г), предварительно расплавленную при 65°C. После завершения синтеза и обработки реакционной массы при 65°C получают 74,06 г продукта коричневого цвета с т. пл. 49°C. Выход технического продукта 96,5%. Содержание фосфоглицеридной фракции 80,6%.

Результаты опытов по выбору оптимальных условий синтеза представлены в таблице.

Соотношение диглицериды олеиновой кислоты: $P_2O_5 : H_2O$, моль	Температура загрузки, °C		Температура синтеза, °C	Продолжительность фосфорилирования, ч	Содержание фосфоглицеридной фракции в продукте синтеза, %
	P_2O_5	H_2O			
1,0:0,6:0,6	30	80	110	1,0	80,0
1,0:0,8:0,8	30	80	110	1,0	85,0
1,0:0,7:0,7	30	80	120	0,5	83,0

Предложенный способ позволяет упростить процесс получения фосфорилированных глицеридов высших жирных кислот за счет добавления в реакционную смесь воды при температуре 80-85°C, благодаря чему создается возможность однократного введения фосфорного ангидрида в процесс и повышается надежность способа.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ получения фосфорилированных глицеридов высших жирных кислот путем обработки глицеридов высших жирных кислот пятиокисью фосфора при нагревании с последующей нейтрализацией реакционной

смеси аммиаком, отличающийся тем, что, с целью упрощения процесса, реакционную смесь нагревают до 80-85°C, затем вводят воду со скоростью, обеспечивающей поддержание температуры реакции 105-120°C, и процесс проводят при мольном соотношении глицеридов, пятиокси фосфора и воды, равном 1:0,6-0,8:0,6-0,8.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

1. Патент ЧССР № 173220, кл. С 11 С 3/02, опублик. 1978.
2. Патент ФРГ № 2446151, кл. С 07 F 9/09, опублик. 1976 (протип).

Редактор Л. Веселовская	Составитель М. Красновская	Техред А. Ач	Корректор Г. Решетник
Заказ 2880/6	Тираж 390	Подписное	
ВНИИПИ Государственного комитета СССР по делам изобретений и открытий 113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5			
Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4			